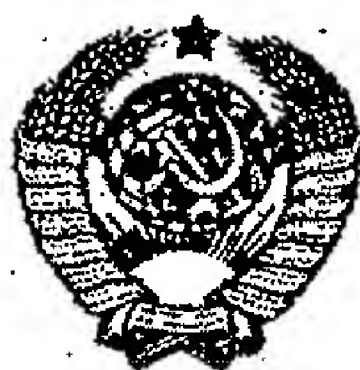


Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 13.12.76 (21) 2428626/23-26

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 25.07.79. Бюллетень № 27

Дата опубликования описания 28.07.79

(11) 674976

(51) М. Кл.²

С 01 В 21/10
С 01 D 15/00

(53) УДК 546.34
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

В.В. Бабыльчик и П.И. Федоров

(71) Заявитель

Чувашский государственный университет им. И.Н. Ульянова

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМИДА ЛИТИЯ

Изобретение касается получения амидов щелочных металлов.

Известен способ получения амида лития путем взаимодействия металлического лития с жидким аммиаком при глубоком охлаждении в присутствии каталитических количеств нитрата трехвалентного железа [1].

Недостатком этого способа является использование больших количеств жидкого аммиака (например, эквивалентное соотношение литий: аммиак составляет 56:1) и сложное технологическое оформление процесса, связанное с использованием низких температур.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ получения амида лития путем взаимодействия металлического лития с сухим газообразным аммиаком с последующей обработкой инертным растворителем при повышенной температуре в присутствии каталитических добавок соединений трехвалентного железа. В качестве инертного растворителя используют ароматические углеводороды [2].

Недостатками данного способа является загрязнение полученного амида

лития полимерными продуктами и его низкая каталитическая активность.

Цель изобретения — повышение чистоты амида лития и его каталитической активности.

Это достигается тем, что в известном способе получения амида лития путем взаимодействия металлического лития с сухим газообразным аммиаком с последующей обработкой инертным растворителем при повышенной температуре в присутствии каталитических добавок соединений трехвалентного железа, в качестве инертного растворителя используют н-гексан и процесс проводят при 65–70°C и при соотношении литий: н-гексан, равном 1:(10–20).

Использование в качестве инертного растворителя н-гексана исключает протекание побочных реакций, а следовательно способствует повышению чистоты амида лития и его каталитической активности в реакциях изомеризации 1,4-дигидропроизводных бензола в 1,3-дигидропроизводные.

Содержание в целевом продукте хлорида железа, добавленного в качестве катализатора, составляет 1 вес.% и его присутствие не влияет на каталитическую активность амида лития при изо-

3. Меризации 1,4- в 1,3-циклогексаниеновые соединения.

В случае необходимости хлорид железа может быть отделен путем экстракции ацетоном.

Пример. 1,38 г лития обрабатывают сухим аммиаком при температуре от 0 до +5°C в течение 4-5 ч. К полученному аммиакату лития добавляют 0,05 г гексакристаллогидрата хлорного железа и выдерживают 10 мин, а затем добавляют 40 мл н-гексана. Полученную смесь нагревают при 70°C с обратным холодильником в течение 1 ч до полного исчезновения верхнего слоя (аммиаката лития), переходящего в осадок (амид лития). После отгонки растворителя получают 4,54 г аморфного продукта (выход 98%).

Использование предлагаемого изобретения позволяет проводить процесс получения амида лития без применения дорогостоящих добавок (гексаметапол), а также низких температур при получении аммиаката лития, что значительно

упрощает технологическое оформление процесса.

Формула изобретения

1. Способ получения амида лития
- 5 путем взаимодействия металлического лития с сухим газообразным аммиаком с последующей обработкой инертным растворителем при повышенной температуре в присутствии каталитических
- 10 добавок соединений трехвалентного железа, отличающийся тем, что, с целью повышения чистоты амида лития и его каталитической активности, в качестве инертного растворителя используют н-гексан и процесс про-
- 15 водят при 65-70°C и при соотношении литий: н-гексан, равном 1:(10-20).

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

- 20 1. C.R. Hauser, W.H. Paterbaugh, J. Am. Chem. Soc. 75, 1068, 1953.
2. Патент ФРГ № 1933847, кл. С 01 В 21/10, 1974.

Редактор С. Суркова

Составитель Т. Дошина

Техреда. Алферова

Корректор Е. Папп

Заказ 4214/16а

Тираж 590

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4